

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

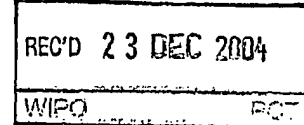
05.11.2004

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2003年11月 7日
Date of Application:

出願番号 特願2003-377898
Application Number:
[ST. 10/C]: [JP 2003-377898]



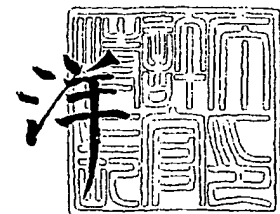
出願人 株式会社日本触媒
Applicant(s):

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年12月 9日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小川



【書類名】 特許願
【整理番号】 K0009527
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 C08F 8/00
【発明者】
 【住所又は居所】 兵庫県姫路市網干区興浜字西沖 9 9 2 番地の 1 株式会社日本触媒内
 【氏名】 池内 博之
【発明者】
 【住所又は居所】 兵庫県姫路市網干区興浜字西沖 9 9 2 番地の 1 株式会社日本触媒内
 【氏名】 鳥井 一司
【発明者】
 【住所又は居所】 兵庫県姫路市網干区興浜字西沖 9 9 2 番地の 1 株式会社日本触媒内
 【氏名】 岩村 卓
【発明者】
 【住所又は居所】 兵庫県姫路市網干区興浜字西沖 9 9 2 番地の 1 株式会社日本触媒内
 【氏名】 町田 さやか
【特許出願人】
 【識別番号】 000004628
 【住所又は居所】 大阪府大阪市中央区高麗橋 4 丁目 1 番 1 号
 【氏名又は名称】 株式会社日本触媒
 【代表者】 柳田 浩
【手数料の表示】
 【予納台帳番号】 008291
 【納付金額】 21,000円
【提出物件の目録】
 【物件名】 特許請求の範囲 1
 【物件名】 明細書 1
 【物件名】 図面 1
 【物件名】 要約書 1

【書類名】特許請求の範囲

【請求項1】

酸基含有不飽和単量体を重合して得られる架橋構造を有する吸水性樹脂(A)を主成分とする粒子状吸水性樹脂組成物であって、
前記組成物の粒度は、 $850\mu\text{m}$ 未満で $150\mu\text{m}$ 以上の粒子が全体の90重量%以上であり、

4価以上のポリオール(B)を少なくとも表面に含有する、粒子状吸水性樹脂組成物。

【請求項2】

4価以上のポリオール(B)が、糖アルコールである請求項1記載の組成物。

【請求項3】

重量平均粒子径(D50)が $300\sim 600\mu\text{m}$ で、粒度分布の対数標準偏差($\sigma\%$)が $0.25\sim 0.45$ ある請求項1または2記載の組成物。

【請求項4】

架橋構造を有する吸水性樹脂(A)がさらに表面架橋されてなる請求項1～3の何れかに記載の組成物。

【請求項5】

酸基含有不飽和単量体を重合して得られる架橋構造を有する吸水性樹脂(A)を主成分とする粒子状吸水性樹脂組成物の製造方法であって、
前記吸水性樹脂(A)は、 $850\mu\text{m}$ 未満で $150\mu\text{m}$ 以上の粒子が全体の90重量%以上であり、さらに、前記吸水性樹脂(A)に4価以上のポリオール(B)を部分的に反応せしめる、粒子状吸水性樹脂組成物の製造方法。

【請求項6】

4価以上のポリオール(B)が、糖アルコールである請求項5記載の製造方法。

【請求項7】

前記吸水性樹脂は、重量平均粒子径(D50)が $300\sim 600\mu\text{m}$ で、粒度分布の対数標準偏差($\sigma\%$)が $0.25\sim 0.45$ である、請求項5または6記載の製造方法。

【請求項8】

添加した4価以上のポリオール(B)の10～90%が吸水性樹脂組成物中に未反応で残存するように加熱処理する請求項5～7の何れかに記載の製造方法。

【請求項9】

4価以上のポリオール(B)以外の表面架橋剤(C)をさらに吸水性樹脂(A)に添加し反応させる請求項5～8の何れかに記載の製造方法。

【書類名】明細書

【発明の名称】吸水性樹脂組成物およびその製造方法

【技術分野】

【0001】

本発明は、粒子状吸水性樹脂組成物およびその製造方法に関するものである。更に詳しくは、微粉も少なく通液性に優れた粒子状吸水性樹脂組成物であって、さらに通液性および液吸い上げ特性に優れた粒子状吸水性樹脂組成物およびその製法方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

近年、吸水性樹脂は体液（尿や血液）を吸収させることを目的として、紙おむつや生理用ナプキン、失禁パット等などの衛生材料（吸収物品）において、その主要な構成材料として幅広く利用されている。

上記吸水性樹脂としては、例えば、ポリアクリル酸部分中和物架橋体、澱粉-アクリロニトリルグラフト重合体の加水分解物、澱粉-アクリル酸グラフト重合体の中和物、酢酸ビニル-アクリル酸エステル共重合体のケン化物、カルボキシメチルセルロース架橋体、アクリロニトリル共重合体若しくはアクリルアミド共重合体の加水分解物またはこれらの架橋体、カチオン性モノマーの架橋体、架橋イソブチレン-マレイン酸共重合体、2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸とアクリル酸の架橋体等が知られている。従来から上記の吸水性樹脂に望まれる吸水特性としては、体液等の水性液体に接した際の高い吸収倍率、優れた吸収速度、通液性、膨潤ゲルのゲル強度、水性液体を含んだ基材から水を吸い上げる吸引量等が唱えられている。

近年、紙おむつなど衛生材料は高機能かつ薄型化が進み、吸水性樹脂の使用量（g）や使用比率（重量％／吸収体中での比率）を高めることで、吸収量の増大や漏れ防止を図りつつ薄型化を図っている。このように吸水性樹脂を増加させた衛生材料は単純に液体を貯蔵するという観点からは好ましい方向であるが、実際のおむつの使用では吸水性樹脂は吸水により膨潤し柔らかいゲル状となり、いわゆるおむつ中でゲルブロッキングを起こし、吸収量低下や漏れを起こすという問題があった。

そこで、吸水性樹脂の通液性は近年注目され、例えば、通液性の高めた吸水性樹脂として下記特許文献1～7などが知られている。しかし、上記特許文献1～7に記載されたような従来の吸水性樹脂で高い液透過性を有した場合、通液性を大きくするために粒子径を大きくしてゲル隙間を大きくする必要があるので、高い通液性の吸水性樹脂では一般に液吸い上げ性が低下するという問題を有していた。

これまでの技術では、粒度分布が通液性に非常に寄与することは知られ、また吸水性樹脂の粒度を制御する技術も下記の特許文献8～11などで知られていた、粒度を大きくすると吸い上げ性が低下するという問題を有していた。吸い上げ性は、下記の特許文献12、13などで知られた重要な特性であるが、吸水性樹脂の「液流れ性」と「液吸い上げ特性」とともに向上させた吸水性樹脂組成物（吸水剤）を得ることは、両者が相反する物性であるため、非常に困難であった。

【0003】

【特許文献1】国際公開第95/26209号パンフレット

【特許文献2】欧州特許第0951913号明細書

【特許文献3】欧州特許第0640330号明細書

【特許文献4】国際公開第2001/066056号パンフレット

【特許文献5】国際公開第98/47454号パンフレット

【特許文献6】米国特許第6414214号明細書

【特許文献7】米国公開2002/128618号明細書

【特許文献8】米国特許第5051259号明細書

【特許文献9】欧州特許第0349240号明細書

【特許文献10】欧州特許第0579764号明細書

- 【特許文献11】 欧州特許第0629411号明細書
【特許文献12】 欧州特許第0532002号明細書
【特許文献13】 米国特許第6399668号明細書

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

従って、本発明が解決しようとする課題は、従来、相反する物性であった吸水性樹脂の「液流れ性」と「液吸い上げ特性」とともに向上させた吸水性樹脂組成物（吸水剤）を与えることで、紙おむつや生理用ナプキンに好適に使用される、新規な吸水性樹脂組成物（吸水剤）を与えることである。

【課題を解決するための手段】

【0005】

本発明者らは上記課題を解決するために鋭意検討を行った結果、特定粒度に制御された吸水性樹脂であってさらに表面に特定の化合物が存在する場合、通液性および液吸い上げ特性に優れた粒子状吸水性樹脂組成物を与えることを見出し、本発明を完成するに至った。すなわち、本発明の粒子状吸水性樹脂組成物は、酸基含有不飽和単量体を重合して得られる架橋構造を有する吸水性樹脂（A）を主成分とする粒子状吸水性樹脂組成物であって、前記組成物の粒度は、 $850\mu\text{m}$ 未満で $150\mu\text{m}$ 以上の粒子が全体の90重量%以上であり、4価以上のポリオール（B）を少なくとも表面に含有する、ことを特徴とする。また、本発明の粒子状吸水性樹脂組成物の製造方法は、酸基含有不飽和単量体を重合して得られる架橋構造を有する吸水性樹脂（A）を主成分とする粒子状吸水性樹脂組成物の製造方法であって、前記吸水性樹脂（A）は、 $850\mu\text{m}$ 未満で $150\mu\text{m}$ 以上の粒子が全体の90重量%以上であり、さらに、前記吸水性樹脂（A）に4価以上のポリオール（B）を部分的に反応せしめることを特徴とする。

【発明の効果】

【0006】

微粉も少なく通液性に優れた粒子状吸水性樹脂組成物であって、さらに液吸い上げ特性に優れた粒子状吸水性樹脂組成物を与える。

【発明を実施するための最良の形態】

【0007】

以下に本発明を詳しく説明する。

（1）吸水性樹脂

本発明の吸水性樹脂とは、ヒドロゲルを形成しうる水膨潤性水不溶性の架橋重合体のことであり、例えば、水膨潤性とはイオン交換水中において必須に自重の5倍以上、好ましくは、50倍から1000倍という多量の水を吸収するものを指し、水不溶性とは吸水性樹脂中の未架橋の水溶性成分（水溶性高分子）が好ましくは50重量%以下、より好ましくは25重量%以下、さらに好ましくは20重量%以下、さらにより好ましくは15重量%以下、特に好ましくは10重量%以下のものを指す。なお、これらの測定法は実施例で規定する。また、以下、本発明で質量ないし質量%と重量ないし重量%とは同義語として扱う。

本発明では吸水性樹脂として、本願の通液性および液吸い上げ特性の面から、酸基含有不飽和単量体を重合して得られる架橋構造を有する吸水性樹脂（A）が好ましく用いられる。（なお、酸基含有単量体としてアクリロニトリルなど重合後の加水分解によって重合後に酸基となる単量体も本発明では酸基含有単量体とするが、好ましくは、重合時に酸基を含有する）酸基含有単量体が用いられる）。

かかる吸水性樹脂としては、ポリアクリル酸部分中和物重合体、デンプン-アクリロニトリルグラフト重合体の加水分解物、デンプン-アクリル酸グラフト重合体、酢酸ビニル-アクリル酸エステル共重合体のケン化物、アクリロニトリル共重合体もしくはアクリルアミド共重合体の加水分解物、またはこれらの架橋体、カルボキシ基含有架橋ポリビニルアルコール変性物、架橋イソブチレン-無水マレイン酸共重合体等の1種または2種以上

を挙げることができるが、好ましくは、アクリル酸及び／又はその塩（中和物）を主成分とする単量体を重合・架橋することにより得られるポリアクリル酸部分中和物重合体が用いられる。

単量体としてアクリル酸および／またはその塩を主成分とする場合、その他の単量体を併用してもよい。併用される単量体としては、後述（３）の米国特許や欧州特許などに例示されるが、メタクリル酸、（無水）マレイン酸、フマル酸、クロトン酸、イタコン酸、ビニルスルホン酸、２-（メタ）アクリルアミド-２-メチルプロパンスルホン酸、（メタ）アクリロキシアルカンスルホン酸およびそのアルカリ金属塩、アンモニウム塩、N-ビニル-２-ピロリドン、N-ビニルアセトアミド、（メタ）アクリルアミド、N-イソプロピル（メタ）アクリルアミド、N, N-ジメチル（メタ）アクリルアミド、２-ヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、メトキシポリエチレングリコール（メタ）アクリレート、ポリエチレングリコール（メタ）アクリレート、イソブチレン、ラウリル（メタ）アクリレート等の水溶性または疎水性不飽和単量体等を共重合成分とするものも含まれる。

本発明でアクリル酸（塩）以外の単量体を用いる場合には、該アクリル酸（塩）以外の単量体は、主成分として用いるアクリル酸及びその塩との合計量に対して、好ましくは３０モル％以下、より好ましくは１０モル％以下の割合であり、最終的に得られる吸水性樹脂（組成物）の吸収特性がより一層向上すると共に、吸水性樹脂（組成物）をより一層安価に得ることができる。

吸水性樹脂は架橋構造を必須するが、架橋剤を使用しない自己架橋型のものであってもよいが、一分子中に、２個以上の重合性不飽和基や、２個以上の反応性基を有する架橋剤（吸水性樹脂の内部架橋剤）を共重合又は反応させたものがさらに好ましい。

これら内部架橋剤の具体例としては、例えば、N, N'-メチレンビス（メタ）アクリルアミド、（ポリ）エチレングリコールジ（メタ）アクリレート、（ポリ）プロピレングリコールジ（メタ）アクリレート、トリメチルロールプロパントリ（メタ）アクリレート、グリセリントリ（メタ）アクリレート、グリセリンアクリレートメタアクリレート、エチレンオキシド変性トリメチロールプロパントリ（メタ）アクリレート、ペンタエリスリトールヘキサ（メタ）アクリレート、トリアリルシアヌレート、トリアリルイソシアヌレート、トリアリルホスフェート、トリアリルアミン、ポリ（メタ）アリロキシアルカン、（ポリ）エチレングリコールジグリシジルエーテル、グリセロールジグリシジルエーテル、エチレングリコール、ポリエチレングリコール、プロピレングリコール、グリセリン、ペンタエリスリトール、エチレンジアミン、エチレンカーボネート、プロピレンカーボネート、ポリエチレンイミン、グリシジル（メタ）アクリレート等を挙げることができる。

【0008】

これら内部架橋剤は、単独で用いてもよく、適宜２種類以上を混合して用いてもよい。また、これら内部架橋剤は、反応系に一括添加してもよく、分割添加してもよい。少なくとも１種または２種類以上の内部架橋剤を使用する場合には、最終的に得られる吸水性樹脂や吸水性樹脂組成物の吸収特性等を考慮して、２個以上の重合性不飽和基を有する化合物を重合時に必須に用いることが好ましい。

【0009】

これら内部架橋剤の使用量は前記単量体（架橋剤を除く）に対して、好ましくは０．０１～２モル％、より好ましくは０．００５～０．５モル％、さらに好ましくは０．０１～０．２モル％、特に好ましくは０．０３～０．１５モル％の範囲内とされる。上記内部架橋剤の使用量が０．００１モル％よりも少ない場合、並びに、２モル％よりも多い場合には、十分な吸収特性が得られないおそれがある。

上記内部架橋剤を用いて架橋構造を重合体内部に導入する場合には、上記内部架橋剤を、上記単量体の重合前あるいは重合途中、あるいは重合後、または中和後に反応系に添加するようにすればよい。

【0010】

本発明に用いられる吸水性樹脂を得るために上述の単量体を重合するに際しては、バル

ク重合や沈殿重合を行うことが可能であるが、性能面や重合の制御の容易さ、さらに膨潤ゲルの吸収特性の観点から、上記単量体を水溶液とすることによる水溶液重合や逆相懸濁重合を行うことが好ましい。

【0011】

単量体を水溶液とする場合の該水溶液（以下、単量体水溶液と称する）中の単量体の濃度は、水溶液の温度や単量体によって決まり、特に限定されるものではないが、10～70重量%の範囲内が好ましく、20～60重量%の範囲内がさらに好ましい。また、上記水溶液重合を行う際には、水以外の溶媒を必要に応じて併用してもよく、併用して用いられる溶媒の種類は、特に限定されるものではない。

なお、逆相懸濁重合とは、単量体水溶液を疎水性有機溶媒に懸濁させる重合法であり、例えば、米国特許4093776号、同4367323号、同4446261号、同4683274号、同5244735号などの米国特許に記載されている。水溶液重合は分散溶媒を用いずに単量体水溶液を重合する方法であり、例えば、米国特許4625001号、同4873299号、同4286082号、同4973632号、同4985518号、同5124416号、同5250640号、同5264495号、同5145906号、同5380808号などの米国特許や、欧州特許0811636号、同0955086号、同0922717号などの欧州特許に記載されている。これら重合法に例示の単量体や開始剤なども本発明では適用できる。

【0012】

上記の重合を開始させる際には、例えば過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム、過硫酸ナトリウム、トープチルハイドロパーオキサイド、過酸化水素、2, 2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)二塩酸塩等のラジカル重合開始剤や、2-ヒドロキシー-2-メチル-1-フェニルプロパン-1-オン等の光重合開始剤を用いることができる。これら重合開始剤の使用量は物性面から通常0.001～2モル%、好ましくは0.01～0.1モル%（対全単量体）である。

【0013】

重合後、通常は含水ゲル状架橋重合体であり、必要に応じて乾燥し、乾燥の前および/または後で通常粉碎されて吸水性樹脂とする。また、乾燥は通常60℃～250℃、好ましくは100℃～220℃、より好ましくは120℃～200℃の温度範囲で行われる。乾燥時間は、重合体の表面積、含水率、および乾燥機の種類に依存し、目的とする含水率になるよう選択される。

本発明に用いることのできる吸水性樹脂（組成物）の含水率（吸水性樹脂や吸水性樹脂組成物中に含まれる水分量で規定/180℃で3時間の乾燥減量で測定）は特に限定されないが、得られる吸水性樹脂組成物の物性面から室温でも流動性を示す粉末であり、より好ましくは0.2～30重量%、さらに好ましくは0.3～15重量%、特に好ましくは0.5～10重量%の粉末状態であり、吸水性樹脂（組成物）の好ましい粒子径は後述する。

上記の方法により得られた吸水性樹脂は、無加圧下での生理食塩水に対する無加圧下吸収倍率（測定法は実施例で規定）が、好ましくは10～50g/g、より好ましくは20～40g/g、最も好ましくは25～35g/gの範囲である。この無加圧下吸収倍率などの物性は目的に応じて適宜調整されるが、10g/g未満や50g/gを超えるような場合には、本発明の吸水性樹脂組成物が得られなくなる恐れがある。

(2) 吸水性樹脂および吸水性樹脂組成物の形状と粒子径

本発明の吸水性樹脂および得られる吸水性樹脂組成物（は、本発明を達成する上で特定粒度に調整され、好ましくは、850μm未満で150μm以上の粒子が全体の90重量%以上で且つ300μm以上の粒子が全体の60重量%以上であり、好ましくは、850μm未満で150μm以上の粒子が全体の95重量%以上、さらには98重量%以上とされる。

また、250μm以上の粒子がより70重量%以上、好ましくは75重量%以上とされる。また、吸水性樹脂の重量平均粒子径は好ましくは300～600μm、より好ましくは

350~450 μ mとされる。上記の粒子径は後述の吸水性樹脂組成物にも適用され、吸水性樹脂ないし吸水性樹脂組成物の粒子径は必要により造粒などで調整してもよい。(なお、以下、両者を併せて吸水性樹脂(組成物)と総称することがある)。

このようにして得られた吸水性樹脂や吸水性樹脂組成物の粒子形状は、球状、破碎状、不定形状等特に限定されるものではないが、粉碎工程を経て得られた不定形破碎状のものが好ましく使用できる。さらに、その嵩比重(JIS K-3362で規定)は、通液性と吸い上げ特性のバランスから好ましくは0.40~0.80g/ml、より好ましくは0.50~0.75g/ml、さらに好ましくは0.60~0.73g/mlの範囲である。

また、本発明の吸水性樹脂(組成物)は、粒度分布の対数標準偏差(σ)が好ましくは0.25~0.45、より好ましくは0.30~0.40の範囲が最も好ましい。粒度分布の対数標準偏差(σ)が小さいほど粒度分布が狭いことを表すが、本発明の吸水性樹脂(組成物)では粒度分布が単に狭いのではなく、ある程度の広がりをもつことが重要となる。対数標準偏差(σ)が0.25未満の場合は、目的とする性能が得られないことがあるだけでなく、生産性が著しく低下してしまう。0.45を超える場合には粒度分布が広がりすぎて、目的とする性能が得られない恐れがある。

なお、本発明で言う「300 μ m以上の粒子」とは後述する篩分級方法で分級された後に、測定される300 μ mの目開きを有する標準篩(JISないし相当品としてASTM、Tyler)の上に残った粒子を指す。また、「300 μ m未満の粒子」とは同様に後述する分級方法で分級された後に、測定される300 μ mの目開きを有するメッシュを通過した粒子を指す。他の目開きの大きさについても同様である。また、300 μ mの目開きを有するメッシュで粒子の50重量%が分級される場合、その重量平均粒子径(D50)は300 μ mである。

(3) 吸水性樹脂の表面架橋

本発明の吸水性樹脂組成物に用いられる吸水性樹脂は上記の架橋重合および乾燥して得られたものでもよいが、さらに、表面架橋(二次架橋)されたものが好ましい。

上記表面架橋を行うための架橋剤としては、種々のものがあるが、物性の観点から、一般的には、多価アルコール化合物、エポキシ化合物、多価アミン化合物またはそのハロエポキシ化合物との縮合物、オキサゾリン化合物、モノ、ジ、またはポリオキサゾリジノン化合物、多価金属塩、アルキレンカーボネート化合物等が用いられている。

本発明で用いられる表面架橋剤としては、具体的には、米国特許6228930号、同6071976号、同6254990号などに例示されている。例えば、モノ、ジ、トリ、テトラまたまポリエチレングリコール、モノプロピレングリコール、1,3-プロパンジオール、ジプロピレングリコール、2,3,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオール、ポリプロピレングリコール、グリセリン、ポリグリセリン、2-ブテン-1,4-ジオール、1,4-ブタンジオール、1,3-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、1,6-ヘキサンジオール、1,2-シクロヘキサジメタノールなどの多価アルコール化合物、エチレングリコールジグリシジルエーテルやグリシドールなどのエポキシ化合物、エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレンテトラミン、テトラエチレンペンタミン、ペンタエチレンヘキサミン、ポリエチレンイミン、ポリアミドポリアミン等の多価アミン化合物；エピクロロヒドリン、エピブロムヒドリン、 α -メチルエピクロロヒドリン等のハロエポキシ化合物；上記多価アミン化合物と上記ハロエポキシ化合物との縮合物、2-オキサゾリジノンなどのオキサゾリジノン化合物、エチレンカーボネートなどのアルキレンカーボネート化合物等が挙げられるが、特に限定されるものではない。本発明の効果を最大限にするために、これらの架橋剤の中でも少なくとも多価アルコールを用いることが好ましく、炭素数2~10、好ましくは炭素数3~8の多価アルコールが用いられる。

表面架橋剤の使用量は、用いる化合物やそれらの組み合わせ等にもよるが、吸水性樹脂100重量部に対して、0.001重量部~10重量部の範囲内が好ましく、0.01重量部~5重量部の範囲内がより好ましい。

本発明において、表面架橋には水を用いることが好ましい。この際、使用される水の量は、使用する吸水性樹脂の含水率にもよるが、通常、吸水性樹脂 100 重量部に対し 0.5 ~ 20 重量部、好ましくは 0.5 ~ 10 重量部の範囲である。また、本発明において、水以外に親水性有機溶媒を用いてもよい。吸水性樹脂に対して 0 ~ 10 重量部、好ましくは 0 ~ 5 重量部、より好ましくは 0 ~ 3 重量部の範囲である。

さらに、本発明では種々の混合方法のうち、必要により水及び／または親水性有機溶媒とを予め混合した後、次いで、その水溶液を吸水性樹脂に噴霧あるいは滴下混合する方法が好ましく、噴霧する方法がより好ましい。噴霧される液滴の大きさは、1 ~ 300 μm が好ましく、10 ~ 200 μm がより好ましい。また混合に際し、本発明の効果を妨げない範囲で水不溶性微粒子粉体や界面活性剤を共存させてもよい。

架橋剤を混合後の吸水性樹脂は好ましくは加熱処理される。上記加熱処理を行う際の条件としては、加熱温度は、好ましくは 100 ~ 250℃、より好ましくは 150 ~ 250℃であり、加熱時間は、好ましくは 1 分 ~ 2 時間の範囲である。温度と時間の組み合わせの好適例としては、180℃で 0.1 ~ 1.5 時間、200℃で 0.1 ~ 1 時間である。

また、本発明の表面架橋を行うにたつて、好ましくは、下記の 4 価以上ポリオール (B) が使用ないし併用される。以下、下記 (4) を参照。

(4) 4 価以上のポリオール

本発明では、4 価以上のポリオール (B) を必須成分とする。4 価以上のポリオール (B) としては好ましくは 4 ~ 30 価、4 ~ 20 価、さらには 4 ~ 10 価のポリオールの使用され、その炭素数はポリオールの価数の 0.5 ~ 2 倍、さらには 1.0 ~ 1.5 倍の範囲に制御される。かかるポリオール (B) の価数が 4 価未満では吸い上げの改善に乏しく、また、価数が 30 価を超える場合、その表面架橋に使用する場合、加圧下吸収倍率（後述の AAP）などの改善効果が低い。さらに、ポリオール中の炭素数が上記の範囲から外れると、本発明の吸い上げの改善に乏しくなることがある。

本発明において好適に用いられる 4 価以上のポリオール (B) としては、ポリグリセリン、ペンタエリスリトール等のアルコール、エリスリトール、キシリトール、ソルビトール等の単糖アルコール類、あるいは、その光学異性体、マルチトール、ラクチトール等の二糖アルコール類、あるいは、その光学異性体、グルコン酸あるいはそのナトリウム等の塩などが挙げられる。これら 4 価以上のポリオール (B) はフリーの水酸基が 4 個残存する範囲で、その水酸基の一部修飾してもよい。物性面や安全性の面、さらには加熱処理後の着色の面から、好ましくは、無修飾あるいは修飾の、さらには無修飾の糖アルコール、二糖以下の糖アルコール、特に単糖アルコールが使用される。

これら 4 価以上のポリオール (B) の使用量は吸水性樹脂 (A) 100 重量部に対して、0.01 ~ 20 重量部、好ましくは 0.1 ~ 10 重量部、より好ましくは 0.1 ~ 5 重量部の範囲である。なお、これらポリオール (B) は吸水性樹脂組成物から抽出でき、液体クロマトグラフィーやガスクロマトグラフィーなどで定量することが出来る。

なお、ポリオール (B) 中のヒドロキシ基がすべて吸水性樹脂の酸基と反応し消失すると、本発明の吸い上げを向上させる効果が得られ難いため、本発明ではポリオール (B) 由来のフリーのヒドロキシ基が吸水性樹脂の表面に存在することが好ましい。かかるフリーのヒドロキシ基として、未反応のポリオール (B) や、ポリオール (B) のヒドロキシ基の一部のみが吸水性樹脂と反応し結合したポリオール-吸水性樹脂が挙げられる。

4 価以外のポリオール (B) の添加方法は前記 (2) の吸水性樹脂の表面架橋における表面架橋剤の添加方法に準じて行えばよい。具体的には、4 価以外のポリオール (B) を必要により溶液、特に水溶液として吸水性樹脂 (B) に滴下ないし噴霧混合すればよく、この際、必要によりポリオール (B) 以外の表面架橋剤 (C) を併用してもよい。ポリオール (B) 以外の表面架橋剤 (C) の使用量は吸水性樹脂 100 重量部に対して 0 ~ 8 重量部、好ましくは 0.01 ~ 5 重量部、さらに好ましくは 0.1 ~ 3 重量部の範囲である。特定粒度の吸水性樹脂 (A) と特定粒度の 4 価以外のポリオール (B) を含む本発明の吸水性樹脂組成物は、吸水性樹脂に単に添加してもよいし、また、吸水性樹脂の前記表面架橋剤に使用ないし併用してもよいが、好ましくは、前記の吸水性樹脂の表面架橋に 4 価以

外のポリオール (B) が使用ないし併用され、部分的に反応させる。
ポリオール (B) を部分的に反応させるには、反応温度や時間を適宜調整し、さらに必要により反応後の強制冷却などで、ポリオール (B) と吸水性樹脂 (A) との反応を制御すればよい。かかる表面架橋での制御 (途中で反応を停止) で、4 価以外のポリオール (B) の一部のみを吸水性樹脂と反応されることで、好ましく本発明の吸水性樹脂組成物が得られる。反応後の強制冷却は、反応後の吸水性樹脂の温度を40分以内に100℃以下、好ましくは30分以内に100℃以下、より好ましくは10分以内に100℃以下、更に好ましくは5分以内に100℃以下にまで冷却する。すなわち、本発明を達成する上で、添加した4価以上のポリオール (B) ないしそのヒドロキシ基を好ましくは10~90%、より好ましくは20~80%、さらに好ましくは30~70%範囲で吸水性樹脂組成物中に残存するように加熱処理することが好ましい。

なお、残存量 (全体量) や残存率 (%) は吸水性樹脂組成物から抽出して定量することで容易に求められる。また、本発明では吸水性樹脂表面に存在するポリオール (B) 由来のヒドロキシ基が重要であるため、未反応のポリオール (B) や、ポリオール (B) のヒドロキシ基の一部のみが吸水性樹脂と反応し結合した吸水性樹脂組成物中のヒドロキシ基を滴定で求めても良いし、XPS (X-ray Photoelectron Spectroscopy) を用いて反応し結合したヒドロキシ基や未反応のヒドロキシ基を確認しても良い。

(5) 吸水性樹脂組成物

本発明の吸水性樹脂組成物は、酸基含有不飽和単量体を重合して得られる架橋構造を有する吸水性樹脂 (A) を主成分とする粒子状吸水性樹脂組成物であって、前記組成物の粒度は、850 μm 未満で150 μm 以上の粒子が全体の90重量%以上で好ましくは250 μm 以上の粒子が全体の70重量%以上であり、4価以上のポリオール (B) を少なくとも表面に含有する、新規な粒子状吸水性樹脂組成物である。

また、好ましくは、下記の本発明に係る吸水性樹脂組成物 (吸水剤) は、0.90重量%生理食塩水に対する30分の無荷重下吸収倍率 (CRC/Centrifuge Retention Capacity)、0.90重量%生理食塩水に対する4.9kPaで60分の加圧下吸収倍率 (AAP/Absorbency against Pressure)、生理食塩水流れ誘導性 (SFC/Saline Flow Conductivity)、および、吸い上げ速度 (WR/Wicking Rate) を満たす。
すなわち、本発明に係る吸水性樹脂組成物 (吸水剤) は無荷重下吸収倍率 (CRC) が20 g/g 以上、加圧下吸収倍率 (AAP) が好ましくは20 g/g 以上、さらに生理食塩水流れ誘導性 (SFC) は好ましくは10 (単位: $10^{-7} * \text{cm}^2 * \text{sec} / \text{g}$) で、液吸い上げ速度 (WR) は180秒以下である。

上記CRC、AAP、SFCおよびWRにおいて、CRCはより好ましくは25~50 g/g、さらに好ましくは27~40 g/gの範囲であり、AAPはより好ましくは23~40 g/g、さらに好ましくは25~40 g/gの範囲であり、SFCはより好ましくは20以上、さらに好ましくは30以上、特に好ましくは40以上であり、また、WRはより好ましくは2~120秒、さらには5~90秒の範囲である。

上記CRC、AAP、SFCおよびWRは、おむつに使用した場合の好適な吸水性樹脂のパラメーターであり、かかるパラメーターを上記の範囲に制御することが実使用での高吸収および低い漏れの面から好ましい。

無荷重下吸収倍率 (CRC) が25 g/g 未満の場合、後述する吸収体および/または吸収性物品 (例えば、紙おむつなど) に使用した場合、紙おむつでの実使用で、漏れ、肌のかぶれ等の問題を引き起こす。

加圧下吸収倍率 (AAP) が20 g/g 未満や生理食塩水流れ誘導性 (SFC) が10未満では、吸水性樹脂組成物に体重などの荷重がかかった場合、液体の液拡散および吸収力が劣るため、吸収体および/または吸水性物品中で液体の拡散が行なわれず液がブロッキングを起こし、紙おむつでの実使用で、漏れ、肌のかぶれ等の問題がある。

液吸い上げ速度 (WR) は180秒を超える場合、実使用ではお尻に沿って装着されたお

むつ中で、おむつ全面や上面に液が水が吸い上げられず、おむつの実使用に向かない。
また、本発明の吸水性樹脂組成物は、従来、通液性と液吸い上げ特性は相反する物性であったのに対して、本発明の吸水性樹脂組成物（吸水剤）では両方バランスよく高めた粒子状吸水性樹脂組成物が得られ、AAPやSFCに比べて、液吸い上げ速度（WR）が非常に速い。

すなわち、吸水性樹脂組成物の通液性と液吸い上げとのバランスは、通液性／吸い上げ速度、すなわちSFC／WRで規定される通液吸い上げ効率で表現される。本発明の吸水性樹脂組成物は通液吸い上げ効率（SFC／WR）が好ましくは0.50（単位： $10^{-7} * cm^2 / g$ ）以上、さらに好ましくは0.70以上、特に好ましくは1.00以上と従来（0.4前後）に比べて格段に高く、通液性と液吸い上げとのバランスに優れて、衛生材料として好適である。

また、本発明の吸水性樹脂組成物は加圧下吸収倍率と液吸い上げとのバランスも優れており、そのバランスは加圧下吸収倍率／吸い上げ速度、すなわちAAP／WRで規定される加圧吸収吸い上げ効率で表現される。本発明の吸水性樹脂組成物は加圧倍率吸い上げ効率（AAP／WR）が好ましくは0.15（ $g / g / sec$ ）以上、さらに好ましくは0.20以上、特に好ましくは0.25以上と従来（0.1前後）に比べて格段に高く、通液性と液吸い上げとのバランスに優れて、衛生材料として好適である。

すなわち、本発明の吸水性樹脂組成物（吸水剤）は、酸基含有不飽和単量体を重合して得られる架橋構造を有する吸水性樹脂（A）を主成分とする粒子状吸水性樹脂組成物（吸水剤）であって、前記組成物の粒度は、 $850 \mu m$ 未満で $150 \mu m$ 以上の粒子が全体の90重量%以上で好ましくは $250 \mu m$ 以上の粒子が全体の70重量%以上であり、通液吸い上げ効率（SFC／WR）が0.50以上、かつ加圧倍率吸い上げ効率（AAP／WR）が好ましくは0.15以上の新規な吸水剤組成物（吸水剤）を与える。上記吸水剤の好ましい物性は上記ないし下記である。なお、吸水剤とは吸水性樹脂を主成分とする特定物性以上の吸水性樹脂ないし吸水性樹脂組成物を指す。

さらに、本発明の吸水性樹脂組成物の形状、固形分（含水率）、水可溶分量なども前述の範囲であり、その水可溶分は好ましくは25重量%以下、さらによろしくは20重量%以下、より好ましくは15重量%以下とされる。また、本発明の吸水性樹脂組成物の着色状態はYI値（Yellow Index／欧州特許942014号および同1108745号参照）で0～15、好ましくは0～13、より好ましくは0～10、最も好ましくは0～5であり、さらに、残存モノマーも0～400ppm、さらには0～300ppmを示す。

（6）吸水性樹脂組成物の第3成分

上記の吸水性樹脂及び／または吸水性樹脂組成物に、第3成分として、更に各種の無機粉末（D）ないしカチオン化合物（E）を添加してもよい。

用いられる無機粉末（D）としては、具体的には、例えば、二酸化珪素や酸化チタン等の金属酸化物、天然ゼオライトや合成ゼオライト等の珪酸（塩）、カオリン、タルク、クレー、ベントナイト等が挙げられ、コールターカウンター法により測定された平均粒子径が $200 \mu m$ 以下の二酸化珪素及び珪酸（塩）がさらに好ましい。また、カチオン化合物（E）としては、ポリエチレン、ポリアリルアミン、ポリビニルアミンのカチオン性高分子や、多価金属塩が挙げられ、カチオン性高分子の重量平均分子量は1000～100万、さらには1万～50万である。その使用量は、吸水性樹脂及び／または吸水性樹脂組成物と組み合わせにもよるが、吸水性樹脂組成物100重量部に対し0～10重量部、さらには0.001～8重量部、より好ましくは0.01～5重量部の範囲である。

無機粉体ないし無機塩の混合方法は特に限定されるものではなく、例えば粉体同士を混合するドライブレンド法、湿式混合法等を採用できるが、ドライブレンド法がより好ましい。

また、上記の本発明に係る吸水性樹脂組成物および製造方法においては、さらに、必要に応じて、消臭剤、抗菌剤、香料、発泡剤、顔料、染料、可塑剤、粘着剤、界面活性剤、肥料、酸化剤、還元剤、水、塩類、キレート剤、殺菌剤、ポリエチレングリコールや親水性

高分子、パラフィンなどの疎水性高分子、ポリエチレンやポリプロピレンなどの熱可塑性樹脂、ポリエステル樹脂やユリア樹脂などの熱硬化性樹脂等を吸水性樹脂に0~10重量部程度添加してもよい。

(7) 用途、および吸収体および/または吸収性物品

本発明の吸水性樹脂組成物は農園芸、ケーブル止水剤、土木・建築、食品などの従来吸水性樹脂の用途に広く使用できるが、おむつなど吸収物品の必要物性である通液性と吸い上げ性を兼ね備えているため、尿、糞ないし血液の固化剤（吸収ゲル化剤）として好適に使用される。

本発明の吸水性樹脂組成物は粒子状であるため、通常、粒子状吸水性樹脂組成物を含んで成型され吸収体とすて使用される。本発明の吸収体は、吸水性樹脂組成物と親水性繊維との合計重量に対する吸水性樹脂組成物の含有量（コア濃度）が20~100%重量%であることが好ましく、さらには30~90重量%、更に好ましくは40~80重量%の範囲である。コア濃度が20重量%未満の場合は、吸水性樹脂組成物の特性が生かされ難い。なお、本発明の吸水性樹脂組成物の好ましい吸収体での使用例の一例は、米国特許5853867号に例示された膨張異方性（厚み方向での膨張性）の吸水性複合体への適用であり、本発明の拡散性の優れた吸水性樹脂組成物を用いることで、厚み方向の膨張のみならず、横方向（平面方向）の液拡散が格段に改善された吸収体を得られ好ましい。

かかる吸収体は密度0.06~0.50g/cc、坪量0.01~0.20g/cm²の範囲に圧縮成形される。なお、用いられる繊維基材としては、前記のカチオン性高分子、親水性繊維、例えば、粉碎された木材パルプ、その他、コットンリントーや架橋セルローズ繊維、レーヨン、綿、羊毛、アセテート、ビニロン等を例示できる。好ましくはそれらをエアレイドしたものである。

更に本発明の吸収性物品は例えば、上記した本発明の吸収体、液透過性を有する表面シート、及び液不透過性を有する背面シートを備える吸収性物品である。吸収性物品としては具体的には、近年成長の著しい大人用紙オムツをはじめ、子供用オムツや生理用ナプキン、いわゆる失禁パッド等の衛生材料等が挙げられる。

【実施例】

【0014】

以下、実施例および比較例により、本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。なお、吸水剤、吸水性樹脂の諸性能は、以下の方法で測定した。

(a) 無加圧下吸水倍率 (CRC)

吸水性樹脂0.200gを不織布製の袋(60mm×60mm)に均一に入れ、25℃に調温した0.9重量%生理食塩水(塩化ナトリウム水溶液)中に浸漬した。30分後に袋を引き上げ、遠心分離機を用いて250cm/sec²(250G)で3分間水切りを行った後、袋の重量W1(g)を測定した。また、同様の操作を吸水性樹脂を用いずに行い、その時の重量W0(g)を測定した。そして、これらW1、W0から、次式に従って無加圧下吸水倍率(g/g)を算出した。

無加圧下吸水倍率(g/g) = (W1(g) - W0(g)) / 吸水性樹脂の重量(g)

(b) 加圧下吸水倍率 (AAP)

内径60mmのプラスチック製支持円筒の底に、ステンレス製400メッシュの金網(目開き38μm)を融着させ、該網上に吸水性樹脂0.900gを均一に散布し、その上に、吸水性樹脂に対して4.83kPa(0.7psi)の荷重を均一に加えることができるよう調整された、外径が60mmよりわずかに小さく支持円筒との隙間が生じず、かつ上下の動きが妨げられないピストンと荷重とをこの順に載置し、この測定装置一式の重量Wa(g)を測定した。

直径150mmのベトリ皿の内側に直径90mmのガラスフィルターを置き、0.90重量%生理食塩水をガラスフィルターと同じレベルになるように加える。その上に、直径90mmの濾紙(トーヨー濾紙; No2)を載せ、表面が全て濡れるようにし、かつ過剰の液を除く。

上記測定装置一式を前記湿った濾紙上に載せ、液を荷重下で吸収させる。1時間後、測定装置一式を持ち上げ、その重量 W_b (g)を測定する。そして、 W_a 、 W_b から、次式に従って加圧下吸水倍率 (g/g)を算出した。

【0015】

加圧下吸水倍率 (g/g)

$= (W_b (g) - W_a (g)) / \text{吸水剤の重量} ((0.9) g)$

(c) 生理食塩水流れ誘導性 (SFC)

特表平9-509591の食塩水流れ誘導性 (SFC) 試験に準じて行った。

【0016】

図1に示す装置を用い、容器40に均一に入れた吸水性樹脂組成物 (0.900 g) を人工尿 (1) 中で0.3 psi (2.07 kPa) の加圧下、60分間膨潤 (食塩水流れ誘導性 (SFC) 保持率測定の際には120分) させ、ゲル44のゲル層の高さを記録し、次に0.3 psi (2.07 kPa) の加圧下、0.69重量%塩化ナトリウム水溶液33を、一定の静水圧でタンク31から膨潤したゲル層を通液させた。

コンピューターと天秤を用い、時間の関数として20秒間隔でゲル層を通過する液体量を10分間記録した。膨潤したゲル44 (の主に粒子間) を通過する流速 $F_s(t)$ は増加重量 (g) を増加時間 (s) で割ることにより g/s の単位で決定した。一定の静水圧と安定した流速が得られた時間を t_s とし、 t_s と10分間の間に得たデータだけを流速計算に使用して、 t_s と10分間の間に得た流速を使用して $F_s(t=0)$ の値、つまりゲル層を通る最初の流速を計算した。 $F_s(t=0)$ は $F_s(t)$ 対時間の最小2乗法の結果を $t=0$ に外挿することにより計算した。

食塩水流れ誘導性

$= (F_s(t=0) \times L_0) / (\rho \times A \times \Delta P)$

$= (F_s(t=0) \times L_0) / 139506$

ここで、

$F_s(t=0)$ g/s で表した流速

L_0 : cmで表したゲル層の高さ

ρ : NaCl溶液の密度 ($1.003 g/cm^3$)

A : セル41中のゲル層上側の面積 ($28.27 cm^2$)

ΔP : ゲル層にかかる静水圧 ($4920 dyne/cm^2$)

および食塩水流れ誘導性 (SFC) の単位は ($10^{-7} \times cm^3 \times s \times g^{-1}$) である。

図1に示す装置としてはタンク31にはガラス管32が挿入されており、ガラス管32の下端は、0.69重量%塩化ナトリウム水溶液33をセル41中の膨潤ゲル44の底部から、5 cm上の高さに維持できるように配置した。タンク31中の0.69重量%塩化ナトリウム水溶液33は、コック付きL字管34を通じてセル41へ供給された。セル41の下には、通過した液を補集する容器48が配置されており、補集容器48は上皿天秤49の上に設置されていた。セル41の内径は6 cmであり、下部の底面にはNo. 400ステンレス製金網 (目開き $38 \mu m$) 42が設置されていた。ピストン46の下部には液が通過するのに十分な穴47があり、底部には吸水性樹脂組成物あるいはその膨潤ゲルが、穴47へ入り込まないように透過性の良いガラスフィルター45が取り付けられていた。セル41は、セルを乗せるための台の上に置かれ、セルと接する台の面は、液の透過を妨げないステンレス製の金網43の上に設置した。

人工尿 (1) は、塩化カルシウムの2水和物0.25 g、塩化カリウム2.0 g、塩化マグネシウムの6水和物0.50 g、硫酸ナトリウム2.0 g、りん酸2水素アンモニウム0.85 g、磷酸水素2アンモニウム0.15 g、および、純水994.25 gを加えたものを用いた。

(d) 液吸い上げ速度 (WR)

液吸い上げ速度は特開平5-200068号記載の吸い上げ指数測定装置 (参照; 図2, 3) を用いて行った。20°の角度で設置したトラフ・シートのトラフ溝に300~500ミクロンに分級した吸水性樹脂1.00 g \pm 0.005 gを0~20 cmの目盛り間に

(e) 重量平均粒径

(e) 重量平均粒径
粉砕後の吸水性樹脂を目開き $850\mu\text{m}$ 、 $600\mu\text{m}$ 、 $500\mu\text{m}$ 、 $425\mu\text{m}$ 、 $300\mu\text{m}$ 、 $212\mu\text{m}$ 、 $150\mu\text{m}$ 、 $106\mu\text{m}$ 、 $75\mu\text{m}$ などのJIS標準ふるいで篩い分けし、残留百分率Rを対数確率紙にプロットした。これにより、重量平均粒子径 (D_{50}) を読み取った。

(f) 粒度分布の対数標準偏差 (σ と)

(f) 粒度分布の対数標準偏差 ($\sigma\%$)
 吸水性樹脂粒子または吸水剤を目開き $850\mu\text{m}$ 、 $710\mu\text{m}$ 、 $600\mu\text{m}$ 、 $500\mu\text{m}$ 、 $425\mu\text{m}$ 、 $300\mu\text{m}$ 、 $212\mu\text{m}$ 、 $150\mu\text{m}$ 、 $45\mu\text{m}$ などのJIS標準ふるいで篩い分けし、残留百分率Rを対数確率紙にプロットした。そこで、X1をR=84.1%、X2を15.9%の時のそれぞれの粒径とすると、対数標準偏差 ($\sigma\%$) は下記の式で表され、 $\sigma\%$ の値が小さいほど粒度分布が狭いことを意味する。

【0017】

$$\sigma_{\xi} = 0.5 \times \ln(X_2/X_1)$$

$\sigma_{\xi} = 0.5 \times \ln(X_2/X_1)$
 粒度分布における対数標準偏差 (σ_{ξ}) を測定する際の分級方法は、吸水性樹脂粒子または吸水剤 10.0 g を、目開き 850 μm 、10 μm 、600 μm 、500 μm 、425 μm 、300 μm 、212 μm 、150 μm 、106 μm の JIS 標準ふるい (THE IIDA TESTING SIEVE: 径 8 cm) に仕込み、振動分級器 (IIDA SIEVE SHAKER, TYPE: ES-65 型、SER. No. 0501) により、5 分間、分級を行った。

(g) ポリオールの含有量

(g) ホリオール含有量
吸水性樹脂組成物より抽出し液体クロマトグラフィーで求めた。

(参考例 1)

(参考例 1)
シグマ型羽根を 2 本有する内容積 10 リットルのジャケット付きステンレス型双腕型ニーダーに蓋を付けて形成した反応器中で、71.3 モル%の中和率を有するアクリル酸ナトリウム水溶液 543.8 g (単量体濃度 39 重量%) にポリエチレングリコールジアクリレート 11.7 g (0.10 モル%) を溶解させて反応液とした。次にこの反応液を窒素ガス雰囲気下で、30 分間脱気した。続いて、反応液に 10 重量% 過硫酸ナトリウム水溶液 29.34 g および 0.1 重量% L-アスコルビン酸水溶液 24.45 g を攪拌しながら添加したところ、およそ 1 分後に重合が開始した。そして、生成したゲルを粉碎しながら、20~95℃で重合を行い、重合が開始して 30 分後に約 1-3 mm に細分化された含水ゲル状架橋重合体 (1) を取り出した。この含水ゲル状架橋重合体 (1) を 50 メッシュ (目開き 300 μ m) の金網上に広げ、175℃で 50 分間熱風乾燥した。このようにして、不定形で、容易に粉碎される粒子状乾燥物凝集体からなる吸水性樹脂塊状物を得た。

【 0 0 1 8 】

【0018】
得られた吸水性樹脂塊状物をロールミルを用いて粉碎し、さらにJIS600 μ m標準篩で分級した。次に、前記の操作で600 μ mを通過した粒子をJIS150 μ m標準篩で分級することで、目開き150 μ mのJIS標準篩を通過した吸水性樹脂粒子(a)を除去した。分析結果を表1に示す。

(实施例 1)

(実施例 1)
前記参考例 1 で得られた吸水性樹脂粒子 (a) 500 g を D-ソルビトール 10 g、純水 10 g の混合液からなる表面処理剤を均一に混合し、得られた混合物 (1) を攪拌器付きモルタルミキサーに入れ、210℃に調温したオイルバスに浸漬し、20 分間、攪拌下加

熱架橋した。さらに、その粒子を JIS 600 μ m 標準篩を通過するまで解砕することで粒子状吸水性樹脂組成物 (1) を得た。諸物性を測定し、その結果を表 1 に示した。

(実施例 2)

前記参考例 1 で得られた吸水性樹脂粒子 (a) 500 g を D-ソルビトール 2.5 g、1, 4-ブタンジオール 1.6 g、純水 15 g の混合液からなる表面処理剤を均一に混合し、得られた混合物 (2) を実施例 1, 2 と同様に 210℃ で 20 分間加熱架橋した。さらに、同様に JIS 600 μ m 標準篩を通過するまで解砕することで吸水性樹脂組成物 (2) を得た。結果を表 1 に示した。

(実施例 3)

前記参考例 1 で得られた吸水性樹脂粒子 (a) 500 g を D-ソルビトール 1.25 g、1, 4-ブタンジオール 1.6 g、1, 2-プロパンジオール 1.25 g、純水 15 g の混合液からなる表面処理剤を均一に混合し、得られた混合物 (3) を実施例 1 と同様に 210℃ で 20 分間加熱架橋した。さらに、同様に JIS 600 μ m 標準篩を通過するまで解砕することで吸水性樹脂組成物 (3) を得た。結果を表 1 に示した。

(比較例 1)

前記参考例 1 で得られた吸水性樹脂粒子 (a) 500 g を 1, 4-ブタンジオール 1.6 g、1, 2-プロパンジオール 2.5 g、純水 15 g の混合液からなる表面処理剤を均一に混合し、比較混合物 (1) を得た。得られた比較混合物 (1) を実施例 1~3 と同様に 210℃ で 20 分間加熱架橋した。さらに、同様に JIS 600 μ m 標準篩を通過するまで解砕することで比較吸水性樹脂組成物 (1) を得た。結果を表 1 に示した。比較吸水性樹脂組成物 (1) の重量平均粒子径 (D50) は 322 ミクロン、粒度分布の対数標準偏差 (σ) は 0.36 であった。

(比較例 2)

前記参考例 1 で得られた吸水性樹脂粒子 (a) をそのまま比較吸水性樹脂組成物 (2) として諸物性を測定した結果を表 1 に示した。

【0019】

【表 1】

	ポリオール (B)	D50 (重量 平均粒子径)	$\sigma\%$ (対数標 準偏差)	CRC (無加 圧下吸収倍 率)	AAP (加圧 下吸収倍率)	SFC (生理食 塩水流れ誘導 性)	WR (液吸い 上げ速度)	AAP/WR	SFC/WR
	(重量部)	(μm)		(g/g)	(g/g)	($10^{-7} * \text{cm}^2$ * s/g)	(sec)	(g/g/sec)	($10^{-7} * \text{cm}^2$ /g)
実施例 1	吸水性樹脂組成物 (1)	329	0.34	25.9	22.0	79	83	0.27	0.951
実施例 2	吸水性樹脂組成物 (2)	323	0.35	25.9	22.3	87	81	0.28	1.07
実施例 3	吸水性樹脂組成物 (3)	322	0.36	26.5	23.3	85	118	0.20	0.720
比較例 1	比較吸水性樹脂組成物 (1)	322	0.36	26.3	23.7	88	236	0.10	0.373
比較例 2	比較吸水性樹脂組成物 (2)	320	0.36	32.0	8.0	3	1143	0.007	0.00262

【0020】

上記表 1 で示すように、本発明の吸水性樹脂組成物は吸い上げ速度 (WR) が格段に優れている上に、通液性と液吸い上げとのバランス (SFC/WR)、ないし、加圧下吸収率と液吸い上げとのバランス (AAP/WR) にも優れている。

本発明の吸水性樹脂組成物は CRC, AAP, SFC も高く、且つ吸い上げ速度が 120 秒以下と早い。しかも、通液吸い上げ効率 (SFC/WR) が 0.15 以上と従来 (0.1 前後) に比べて格段に高く、加圧倍率吸い上げ効率 (AAP/WR) が 0.50 以上と従来 (0.4 前後) に比べて格段に高い。

【産業上の利用可能性】

【0021】

本発明によれば、従来、相反する物性であった「通液性」と「液吸い上げ性」とを両立させた粒子状吸水性樹脂組成物 (別称、吸水剤) を安全かつ簡便に与える。かかる粒子状吸水剤組成物は、従来のない吸収特性を有するために、使い捨ておむつなどの吸収体 (成型された吸収層) に好適に使用でき、おむつなどの吸収力を格段に向上させ、漏れを低減する。

【図面の簡単な説明】

【0022】

【図 1】 吸水性樹脂組成物の生理食塩水流れ誘導性 (SFC) の測定に用いる測定装置の概略断面図である。

【図 2】 液吸い上げ速度を決定するために使用する装置の斜視図である。

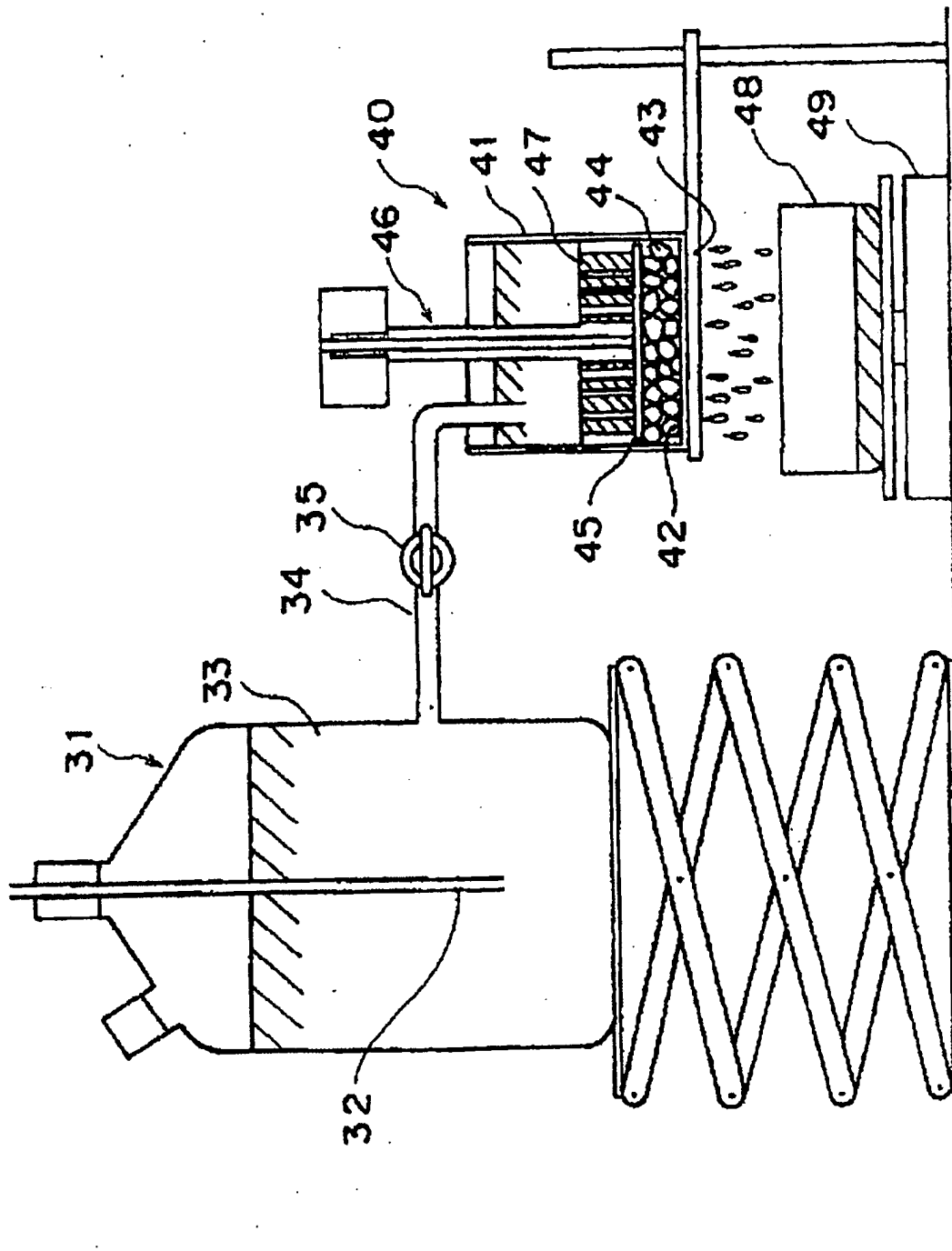
【図 3】 図 2 の側面図である。

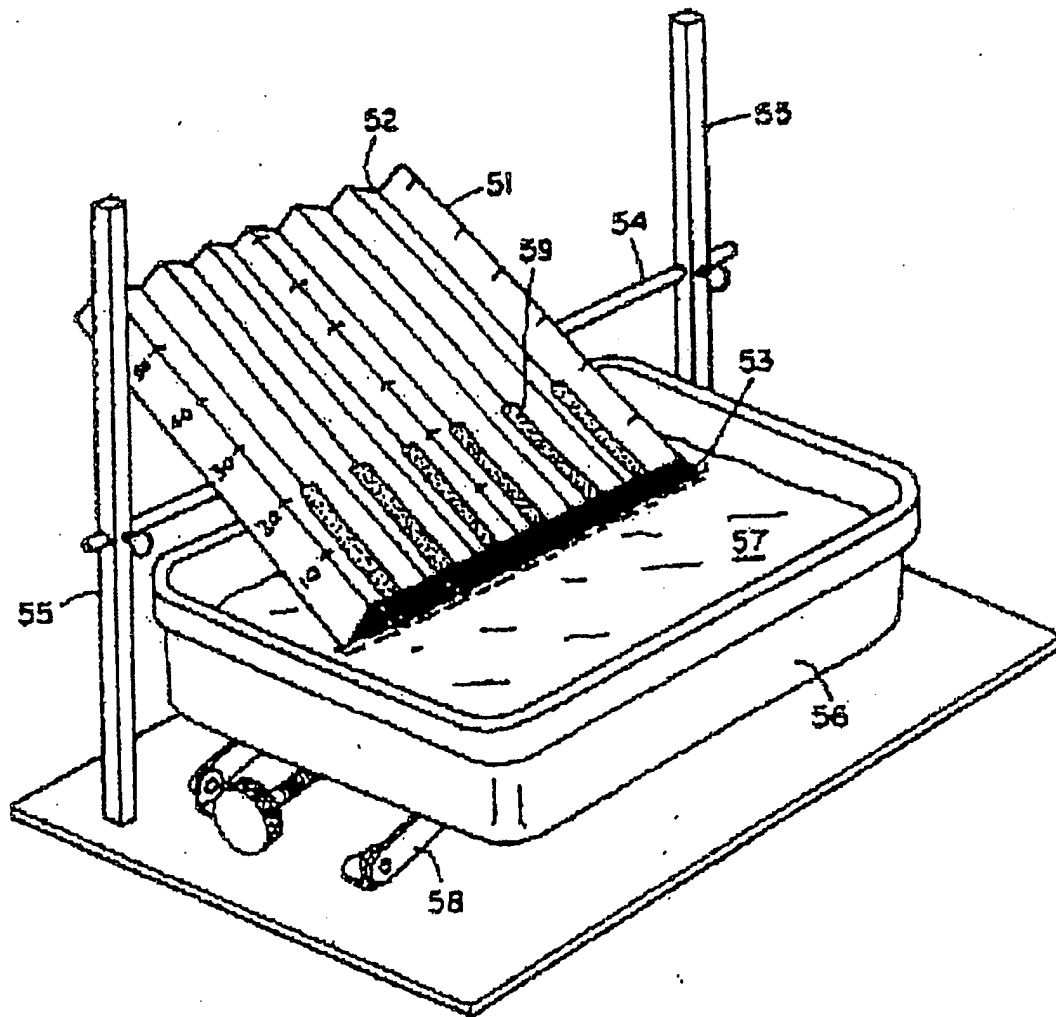
【符号の説明】

【0023】

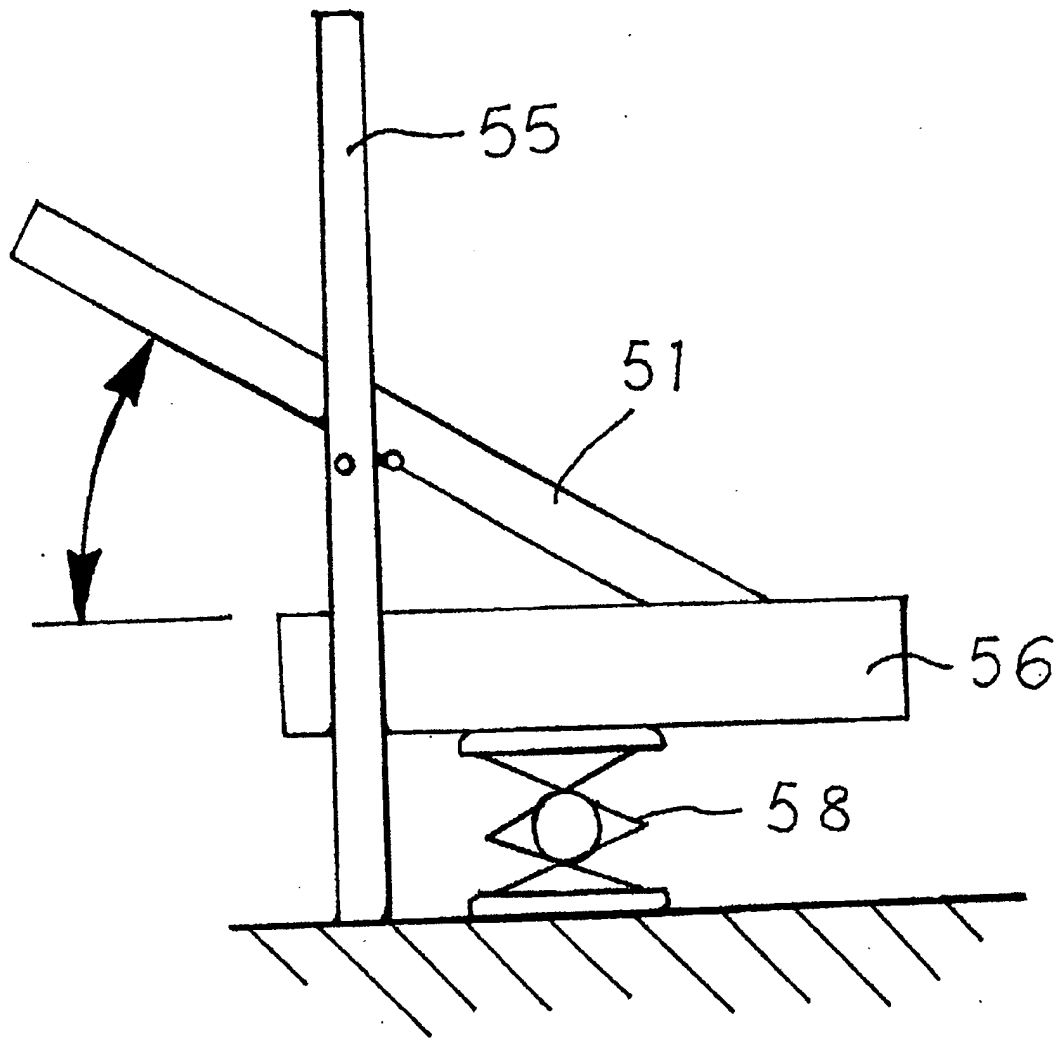
- 31 タンク
- 32 ガラス管
- 33 0.69 重量%塩化ナトリウム水溶液
- 34 コック付き L 字管
- 35 コック
- 40 容器
- 41 セル
- 42 ステンレス製金網
- 43 ステンレス製金網
- 44 膨潤ゲル
- 45 ガラスフィルター
- 46 ピストン
- 47 ピストン注の穴
- 48 捕集容器
- 49 上皿天秤
- 51 トラフシート
- 52 トラフ溝
- 53 スクリーン
- 54 横木
- 55 実験スタンド
- 56 液体リザーバ槽
- 57 液
- 58 実験用ジャッキ
- 59 粒子状吸水性樹脂組成物 (重量 1 g, 散布距離 20 cm)

【書類名】 図面
【図 1】





【図 3】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 従来、通液性と液吸い上げ特性は相反する物性であり、それらを両方バランスよく高めた粒子状吸水性樹脂組成物を得ることを課題とする。

【解決手段】 本発明者らは、通液性と吸い上げ特性を兼ねそなえた吸水性樹脂（吸水剤）を鋭意検討した結果、酸基含有不飽和単量体を重合して得られる架橋構造を有する吸水性樹脂（A）を主成分とする粒子状吸水性樹脂組成物であって、前記組成物の粒度は、 $850\mu\text{m}$ 未満で $150\mu\text{m}$ 以上の粒子が全体の90重量%以上であり、4価以上のポリオール（B）を少なくとも表面に含有する、新規な粒子状吸水性樹脂組成物およびその製造方法で、上記課題を簡便で安全かつ安価に解決することを見出し、本発明を完成した。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2003-377898
受付番号	50301844264
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0095
作成日	平成15年11月10日

<認定情報・付加情報>

【提出日】

平成15年11月 7日

特願 2003-377898

出願人履歴情報

識別番号

[000004628]

1. 変更年月日

2000年12月 6日

[変更理由]

住所変更

住 所

大阪府大阪市中央区高麗橋4丁目1番1号

氏 名

株式会社日本触媒